

⑯ BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENT- UND  
MARKENAMT

⑯ Offenlegungsschrift  
⑯ DE 101 56 988 A 1

⑯ Int. Cl.<sup>7</sup>:  
**B 01 J 19/30**  
B 01 D 3/00  
C 07 C 57/07

⑯ Aktenzeichen: 101 56 988.2  
⑯ Anmeldetag: 21. 11. 2001  
⑯ Offenlegungstag: 28. 5. 2003

⑦ Anmelder:  
BASF AG, 67063 Ludwigshafen, DE

⑦ Vertreter:  
Patentanwälte Bardehle, Pagenberg, Dost,  
Altenburg, Geissler, Isenbruck, 68165 Mannheim

⑦ Erfinder:  
Thiel, Joachim, Dr., 67435 Neustadt, DE; Schröder,  
Jürgen, Dr., 67071 Ludwigshafen, DE

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

⑮ Kolonne mit Dual-Flow-Böden

⑯ Es wird eine Kolonne zur thermischen Behandlung von Gemischen, die ein oder mehrere polymerisierbare Verbindungen enthalten, vorgeschlagen, mit Dual-Flow-Böden mit Öffnungen, deren Durchmesser innerhalb eines Dual-Flow-Bodens konstant ist, wobei die Dual-Flow-Böden mit zunehmendem Abstand vom Zulauf des zu behandelnden Gemisches Öffnungen mit abnehmendem Durchmesser aufweisen.

# DE 101 56 988 A 1

## Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft eine Kolonne mit Dual-Flow-Böden sowie ein Verfahren unter Verwendung der Kolonne.

[0002] Bei der thermischen Behandlung von Gemischen, die eine oder mehrere polymerisierbare Verbindungen enthalten, in einer Kolonne, besteht immer das Problem, daß die Kolonne und die Kolonneneinbauten durch Ablagerungen verschmutzen und aufwendig gereinigt werden müssen, mit der Folge, daß der Betrieb unterbrochen werden muß. Als thermische Behandlung werden vorliegend Verfahren wie Destillation oder Rektifikation, Absorption, Extraktion oder Strippen verstanden. Gemische, die der thermischen Behandlung in einer Kolonne unterworfen werden können, sind in der Regel fluid, d. h. gasförmig, flüssig oder gasförmig/flüssig.

10 [0003] Als Kolonneneinbauten sind insbesondere Packungen, Füllkörper oder Böden bekannt.

[0004] Die EP-A 1 093 850 schlägt eine gepackte Kolonne zur Behandlung, insbesondere Destillation von Gemischen, enthaltend polymerisierbare Substanzen wie (Meth)acrylsäure vor, wobei die Verschmutzungsanfälligkeit dadurch gesenkt werden soll, daß die Kolonnenpackung mit unterschiedlichem Öffnungsverhältnis ausgebildet wird, wobei ein Packungsteilbereich, der der Packungsträgerplatte benachbart ist, mit größerem Öffnungsverhältnis gegenüber dem restlichen Packungsbereich ausgebildet ist. Packungen haben jedoch den Nachteil, daß sie allgemein verschmutzungsanfälliger sind als Kolonnenböden.

15 [0005] Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es, eine Bodenkolonne zur Verfügung zu stellen, die zur thermischen Behandlung von Gemischen, enthaltend mindestens eine polymerisierbare Verbindung, eingesetzt werden können, wobei ihre Verschmutzungsanfälligkeit gegenüber herkömmlichen Bodenkolonnen vermindert ist. Dadurch verlängert sich die Betriebszeit der Kolonne, und ihre Wirtschaftlichkeit ist somit erhöht.

20 [0006] Die Lösung geht aus von einer Kolonne zur thermischen Behandlung eines Gemisches, mit Dual-Flow-Böden mit Öffnungen, deren Durchmesser innerhalb eines Dual-Flow-Bodens konstant sind.

[0007] Die Erfindung ist dadurch gekennzeichnet, dass die Dual-Flow-Böden mit zunehmendem Abstand vom Zulauf des zu behandelnden Gemisches Öffnungen mit abnehmendem Durchmesser aufweisen.

25 [0008] Es wurde überraschend gefunden, daß durch gezielte Ausgestaltung der Durchmesser der Öffnungen in den Dual-Flow-Böden eine erhebliche Reduzierung der Verschmutzungsanfälligkeit und somit eine erhebliche Verlängerung der Betriebszeit von Bodenkolonnen erreicht werden konnte.

[0009] Der Begriff Dual-Flow-Boden bezeichnet in bekannter Weise einen Kolonnenboden mit Öffnungen, die von Dampf und Flüssigkeit im Gegenstrom passiert werden.

30 [0010] Die Öffnungen in Dual-Flow-Böden sind regelmäßig innerhalb desselben Bodens gleich groß. Bei bekannten Kolonnen weisen darüber hinaus alle Dual-Flow-Böden gleich große Öffnungen auf. Das Öffnungsverhältnis wird über die Anzahl der Öffnungen eingestellt. Als Öffnungsverhältnis eines Dual-Flow-Bodens wird in bekannter Weise das Verhältnis aus der Summe der Öffnungsflächen und der Gesamtfläche des Dual-Flow-Bodens bezeichnet.

[0011] Demgegenüber werden erfahrungsgemäß die Öffnungen der Dual-Flow-Böden innerhalb einer Kolonne unterschiedlich ausgestaltet, und zwar dergestalt, daß der Durchmesser der Öffnungen mit zunehmendem Abstand vom Zulauf zur Kolonne abnimmt. Dabei sollen die Öffnungen innerhalb eines Dual-Flow-Bodens gleich groß sein.

35 [0012] Die Erfindung ist nicht eingeschränkt bezüglich der Positionierung des Zulaufs zur Kolonne: Es ist gleichermaßen möglich, den Zulauf im mittleren Kolonnenteil, im oberen oder im unteren Kolonnenteil vorzusehen. Bevorzugt wird der Zulauf im mittleren Kolonnenteil vorgesehen.

40 [0013] Die Erfindung ist grundsätzlich nicht eingeschränkt bezüglich der Form der Öffnungen: Diese können jede geometrische Form, beispielsweise Kreise, Ellipsen, Rechtecke oder Polygone, aufweisen. Bevorzugt sind die Öffnungen in den Dual-Flow-Böden kreisförmig.

[0014] Die Abnahme des Durchmessers der Öffnungen mit zunehmendem Abstand vom Zulauf erfolgt bevorzugt in der Weise, dass das Verhältnis  $d_n$  zu  $d_{n+1}$  einen Wert annimmt, der größer oder gleich 0,5 und kleiner oder gleich 1 ist, wobei  $n$  die Nummer des Dual-Flow-Bodens, gezählt vom Zulauf, ist. Entsprechend der obigen Definition ist es somit möglich, dass im Extremfall  $d_n = d_{n+1}$  ist, d. h. dass sich der Durchmesser der Öffnungen zwischen einzelnen aufeinanderfolgenden Dual-Flow-Böden nicht ändert. Dies ist fertigungstechnisch vorteilhaft.

45 [0015] Bevorzugt wird zusätzlich mit der Variation der Öffnungsdurchmesser das Öffnungsverhältnis mit zunehmendem Abstand vom Zulauf verändert, insbesondere dergestalt, dass es mit zunehmendem Durchmesser der Öffnungen abnimmt. Der Fachmann kann in Abhängigkeit von Gas- und Flüssigkeitsbelastung sowie Öffnungsdurchmesser das erforderliche Öffnungsverhältnis leicht bestimmen.

[0016] Der Durchmesser der Öffnungen in den Dual-Flow-Böden liegt bevorzugt im Bereich von 10 bis 80 mm, wobei oberhalb des Zulaufs angeordnete Dual-Flow-Böden bevorzugt Öffnungen im Bereich von 10 bis 50 mm, unterhalb des Zulaufs angeordnete Dual-Flow-Böden dagegen bevorzugt Öffnungen mit Durchmessern im Bereich von 15 bis 80 mm aufweisen.

50 [0017] Das Öffnungsverhältnis der Dual-Flow-Böden liegt bevorzugt im Bereich von 10 bis 30%.

[0018] Gegenstand der Erfindung ist auch ein Verfahren zur thermischen Behandlung von Gemischen, die eine oder mehrere polymerisierbare Verbindungen enthalten in einer Kolonne mit Dual-Flow-Böden, mit Öffnungen, die innerhalb eines Bodens einen konstanten Durchmesser aufweisen und wobei der Durchmesser der Öffnungen der unterhalb und/oder oberhalb des Zulaufs angeordneten Dual-Flow-Böden mit zunehmendem Abstand vom Zulauf abnimmt.

55 [0019] Bevorzugt ist für das Verfahren zur thermischen Behandlung ein Destillations- oder Rektifikationsverfahren.

[0020] Besonders bevorzugt betrifft das zu behandelnde Verfahren ein Gemisch, enthaltend (Meth)acrolein, (Meth)acrylsäure und/oder einen oder mehrere Ester der (Meth)acrylsäure.

[0021] Die Erfindung wird im folgenden anhand eines Ausführungsbeispiels näher erläutert.

65

## Beispiel

[0022] Durch katalytische Gasphasenoxidation von Acrolein gemäß Beispiel B1 der DE-A 43 02 991 wurde ein Acryl-

# DE 101 56 988 A 1

säure enthaltendes Reaktionsgemisch erzeugt und gemäß Beispiel 1 der DE-A 197 46 689 in einer Absorptionskolonne und einer Desorptionskolonne zu einer Mischung mit der folgenden Zusammensetzung weiterverarbeitet:

Essigsäure	0,02%	5
Acrylsäure	15,10%	
Maleinsäureanhydrid	0,40%	
Diphyl	65,00%	
Dimethylphthalat	15,40%	
Diacrylsäure	1,30%	
Phthalsäureanhydrid	2,40%	10
Wasser	0,02%	

[0023] Die Mischung wurde in einer Rektifikationskolonne in eine 99,6%ige Acrylsäure und ein Schwersiedergemisch mit weniger als 0,5% Acrylsäure getrennt. Als trennwirksame Einbauten wurden Dual-Flow-Böden verwendet. Die Dual-Flow-Böden hatten einen Durchmesser von 3 m. Die Lochdurchmesser und die Öffnungsverhältnisse der Dual-Flow-Böden zwischen Kolonnensumpf und Zulauf betragen:

Boden 1	15 mm	18%	20
Boden 2	15 mm	18%	
Boden 3	25 mm	16%	
Boden 4	25 mm	16%	
Boden 5	50 mm	14%	25
Boden 6	50 mm	14%	

[0024] Die Dual-Flow-Böden wurden beginnend vom Kolonnensumpf nummeriert.

[0025] In einem Vergleichsversuch betrug der Lochdurchmesser einheitlich 25 mm und das Öffnungsverhältnis betrug einheitlich 16%.

[0026] Durch die erforderliche Maßnahme konnte die Kolonnenlaufzeit um 60% verlängert werden.

## Patentansprüche

1. Kolonne zur thermischen Behandlung eines Gemisches, mit Dual-Flow-Böden mit Öffnungen, deren Durchmesser innerhalb eines Dual-Flow-Bodens konstant ist, dadurch gekennzeichnet, dass die Dual-Flow-Böden mit zunehmendem Abstand vom Zulauf des zu behandelnden Gemisches Öffnungen mit abnehmendem Durchmesser aufweisen.
2. Kolonne nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Öffnungen kreisförmig sind.
3. Kolonne nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass die Abnahme des Durchmessers der Öffnungen mit zunehmendem Abstand vom Zulauf in der Weise erfolgt, dass das Verhältnis  $d_n$  zu  $d_{n+1}$  einen Wert annimmt, der größer oder gleich 0,5 und kleiner oder gleich 1 ist, wobei n die Nummer des Dual-Flow-Bodens, gezählt vom Zulauf, ist.
4. Kolonne nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass die Öffnungen einen Durchmesser im Bereich von 10 bis 80 mm, insbesondere oberhalb des Zulaufs des zu behandelnden Gemisches im Bereich von 10 bis 50 mm und/oder unterhalb desselben einen Durchmesser im Bereich von 15 bis 80 mm aufweisen.
5. Kolonne nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass das Öffnungsverhältnis der Dual-Flow-Böden mit zunehmendem Durchmesser der Öffnungen abnimmt.
6. Kolonne nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass das Öffnungsverhältnis im Bereich von 10 bis 30% liegt.
7. Verfahren zur thermischen Behandlung eines Gemisches in einer Kolonne nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, dass das Gemisch eine oder mehrere polymerisierbare Verbindungen enthält.
8. Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass das zu behandelnde Gemisch (Meth)acrolein, (Meth)acrylsäure und/oder einen oder mehrere Ester der (Meth)acrylsäure enthält.
9. Verfahren nach Anspruch 8, dadurch gekennzeichnet, dass die thermische Behandlung eine Rektifikation ist.

60

65

- Leerseite -

This Page Blank (seit')